

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-251720

(P2002-251720A)

(43)公開日 平成14年9月6日(2002.9.6)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコト [*] (参考)
G 1 1 B	5/85	G 1 1 B	A 5 D 0 0 6
	5/65		5 D 0 7 5
11/105	5 0 6	11/105	5 0 6 Z 5 D 1 1 2
	5 4 6		5 4 6 B 5 E 0 4 9
H 0 1 F	41/20	H 0 1 F 41/20	
		審査請求有	請求項の数3 O L (全5頁)

(21)出願番号 特願2001-50627(P2001-50627)

(22)出願日 平成13年2月26日(2001.2.26)

特許法第30条第1項適用申請有り

(71)出願人 391016945
大阪大学長
大阪府吹田市山田丘1番1号
(72)発明者 弘津 複彦
大阪府茨木市山手台1-15-3
(72)発明者 佐藤 和久
大阪府箕面市如意谷2-4-30-103
(72)発明者 川合 知二
大阪府箕面市小野原東5-26-15-615
(74)代理人 100058479
弁理士 鈴江 武彦 (外5名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 方位配向硬磁性粒子分散膜の製造方法

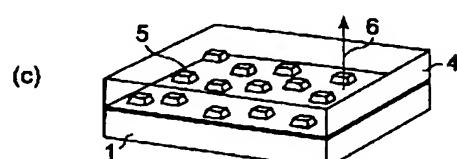
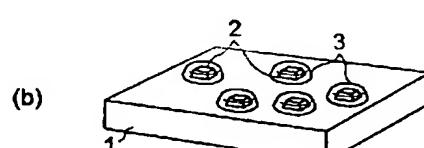
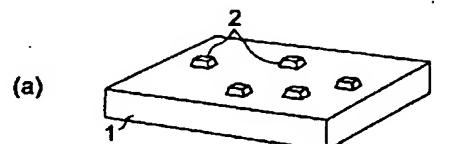
(57)【要約】

【課題】 硬磁性合金ナノ粒子を従来よりも低温で合成でき、かつ磁化容易軸を一方向に制御できる方法を提供する。

【解決手段】 所定の結晶方位を有する単結晶基板

(1) 上に白金族元素を蒸着し白金族粒子を2次元的に分散させて種結晶(2)を形成する工程と、白金族種結晶(2)上に磁性元素(3)を蒸着する工程と、白金族種結晶(2)と磁性元素(3)が分散した単結晶基板

(1)の全面に非磁性物質(4)を蒸着する工程と、熱処理により白金族種結晶(2)と磁性元素(3)を規則合金化する工程により、方位配向した硬磁性規則合金ナノ粒子分散膜を製造する。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】所定の結晶方位を有する単結晶基板上に白金族元素を蒸着し白金族粒子を2次元的に分散させて種結晶を形成する工程と、前記白金族種結晶上に磁性元素を蒸着する工程と、前記単結晶基板の全面に非磁性物質を蒸着する工程と、熱処理により前記白金族種結晶と前記磁性元素を規則合金化する工程とを具備したことを特徴とする方位配向硬磁性規則合金粒子分散膜の製造方法。

【請求項2】 単結晶基板の格子定数が白金族種結晶の格子定数よりも大きいことを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項3】 単結晶基板の格子定数が白金族種結晶の格子定数よりも小さいことを特徴とする請求項1記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は方位配向硬磁性粒子分散膜の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】大きな保磁力および飽和磁化を示すFe系規則合金ナノ粒子は、次世代の超高密度磁気記録媒体の候補と考えられている。現行の連続媒体の高記録密度の限界である $1\,000\text{ Gbit/inch}^2$ を超える記録密度が将来的に達成され、さらなる情報化社会の進展に寄与できると考えられている。

【0003】従来、FePt、CoPtなどの硬磁性ナノ粒子の作製例と機能性評価は種々行われてきているが、以下のような問題点が指摘されている。

【0004】(1) 磁化容易軸がランダムに配向しており、センサあるいはメモリへの応用上の観点から不都合である。

【0005】(2) 硬磁性発現の起源である規則相形成に要する熱処理温度が $600\sim700^\circ\text{C}$ と極めて高く、プロセス上不都合である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、硬磁性合金ナノ粒子を従来よりも低温で合成でき、かつ磁化容易軸を一方向に制御できる方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の方位配向硬磁性規則合金粒子分散膜の製造方法は、所定の結晶方位を有する単結晶基板上に白金族元素を蒸着し白金族粒子を2次元的に分散させて種結晶を形成する工程と、前記白金族種結晶上に磁性元素を蒸着する工程と、前記単結晶基板の全面に非磁性物質を蒸着する工程と、熱処理により前記白金族種結晶と前記磁性元素とを規則合金化する工程とを具備したことを特徴とする。

【0008】

2

【発明の実施の形態】以下、本発明の方法をより詳細に説明する。

【0009】本発明の方法の原理は、エピタキシャル成長を利用し、蒸着物質を基板の結晶方位をそのまま受け継いで成長させることにより、硬磁性合金ナノ粒子の磁化容易軸を制御する点にある。

【0010】まず、所定の結晶方位を有する単結晶基板上に白金族元素を電子ビーム蒸着すると、白金族元素は基板の結晶方位を受け継いで配向成長する。このとき、電子ビーム蒸着の条件を適切に設定することにより、白金族元素からなるナノメーターオーダーの粒子を基板上に2次元的に分散させて形成することができる。こうして形成された白金族元素の粒子は、次工程で蒸着される磁性元素の種結晶として用いられる。

【0011】この工程において、単結晶基板の格子定数が白金族種結晶の格子定数よりも大きい場合には、種結晶に対して引張応力がかかる。一方、単結晶基板の格子定数が種結晶の格子定数よりも小さい場合には、種結晶に対して圧縮応力がかかる。

【0012】次に、磁性元素を電子ビーム蒸着すると、磁性元素は白金族種結晶の結晶方位を受け継いで配向成長する。

【0013】ここまでこの工程で、基板温度を $200\sim500^\circ\text{C}$ 、蒸着速度を 1 nm/m in 程度以下に設定し、種結晶および磁性粒子ともに平坦な連続薄膜に換算してそれぞれ 1 nm 程度の蒸着厚さが得られるような条件で蒸着を行うと、基板の平坦さを反映して2次元的に分散した粒子構造が得られる。こうして、高真空中での電子ビーム蒸着によりナノ粒子が形成されるため、試料の汚染および酸化を極力抑制できる。

【0014】次いで、単結晶基板の全面に絶縁性の非磁性物質を蒸着し、白金族種結晶および磁性元素からなるナノ粒子を非磁性薄膜によって固定する。

【0015】その後、熱処理により白金族種結晶と磁性元素とを規則合金化することにより、非磁性薄膜中に硬磁性ナノ粒子が分散した磁性膜を製造することができる。このとき、種結晶に対して引張応力がかかるといふと、形成される硬磁性ナノ粒子の磁化容易軸は膜面に垂直に配向する。こうして製造された膜面垂直配向した磁性膜は、垂直磁気記録媒体または光磁気記録媒体に用いることができる。一方、種結晶に対して圧縮応力がかかるといふと、形成される硬磁性ナノ粒子の磁化容易軸は膜面内に配向する。こうして製造された膜面内配向した磁性膜は、面内磁気記録媒体に用いることができる。

【0016】また、FePtよりも融点および規則不規則相変態温度ともに低いFePdからなる規則合金ナノ粒子を形成する場合、従来よりも 100°C 以上低温の 500°C で規則相を形成できる。従来から第3元素添加による規則相の形成温度の低下を図る手法が知られているが、本発明の方法では第3元素を添加しなくても従来よ

3

りも低温で規則相を形成できる。

【0017】以上のように、単結晶基板上に白金族元素および磁性元素を順次エピタキシャル成長させた後に熱処理するという方法により、結晶成長における熱力学的性質を利用して自然に硬磁性ナノ粒子の磁化容易軸を制御できる。このとき、圧力、磁場などの外場を印加する必要はないので、特殊な装置を用いる必要はない。

【0018】なお、極めて微小なナノ粒子は高分解能電子顕微鏡を用いて観察することができる。また、製造された磁性膜については、超伝導量子干渉磁束計を用いて高精度で磁化測定を行うことができる。

【0019】白金族元素には、ロジウム(Rh)、パラジウム(Pd)、イリジウム(Ir)、白金(Plt)が含まれる。磁性元素には、鉄(Fe)、コバルト(Co)、ニッケル(Ni)が含まれる。

【0020】白金族種結晶より格子定数の大きい(001)配向した単結晶基板としては、岩塩(NaCl)、マグネシア(MgO)、アルミニウム(Al)、シリコン(Si)、ゲルマニウム(Ge)、ガリウムヒ素(GaAs)などが用いられる。一方、白金族種結晶より格子定数の小さい(001)配向した非磁性単結晶基板としては、銅(Cu)、イリジウム(Ir)、ロジウム(Rh)、クロム(Cr)などが用いられる。

【0021】絶縁性の非磁性物質としては、アルミナ(Al_2O_3)、マグネシア(MgO)、カルシア(CaO)、弗化マグネシウム(MgF₂)、弗化カルシウム(CaF₂)、窒化アルミニウム(AlN)、窒化ホウ素(BN)などが用いられる。

【0022】

【実施例】以下、図面を参照しながら本発明の実施例を説明する。

【0023】実施例1

図1(a)～(c)を参照して本発明の一実施例を説明する。

【0024】図1(a)に示すように、(001)配向したNaClなどの単結晶基板1上に白金族元素としてPdを電子ビーム蒸着して配向成長させ、Pdナノ粒子を2次元に分散させてPd種結晶2を形成する。NaClなどからなる単結晶基板1の格子定数はPd種結晶2の格子定数よりも大きいので、Pd種結晶2は引張応力を受ける。

【0025】図1(b)に示すように、磁性元素としてFeを電子ビーム蒸着してPd種結晶2上に配向成長させ、Fe粒子3を形成する。

【0026】図1(c)に示すように、アルミナなどの絶縁性の非磁性物質を電子ビーム蒸着して非磁性薄膜4を形成し、Pd種結晶2とFe粒子3から構成されるナノ粒子を固定する。この後、真空下において約500℃で熱処理してPd種結晶2とFe粒子3とを規則合金化することにより、粒径約10nmのFePd規則合金ナ

4

ノ粒子(Pdの組成は約50～58at%)の2次元分散膜を形成する。このとき、規則合金ナノ粒子の平均粒径・分散形態は蒸着速度、基板温度、蒸着量の調節により制御可能である。規則合金ナノ粒子5の磁化容易軸6は膜面に垂直に配向している。垂直保磁力は1kOe以上である。

【0027】実施例2

図2(a)～(c)を参照して本発明の他の実施例を説明する。

【0028】図2(a)に示すように、(001)配向したCuなどの単結晶基板11上に白金族元素としてPdを電子ビーム蒸着して配向成長させ、Pdナノ粒子を2次元に分散させてPd種結晶12を形成する。Cuなどからなる単結晶基板11の格子定数はPd種結晶12の格子定数よりも大きいので、Pd種結晶12は圧縮応力を受ける。

【0029】図2(b)に示すように、磁性元素としてFeを電子ビーム蒸着してPd種結晶12上に配向成長させ、Fe粒子13を形成する。

【0030】図2(c)に示すように、アルミナなどの絶縁性の非磁性物質を電子ビーム蒸着して非磁性薄膜14を形成し、Pd種結晶12とFe粒子13から構成されるナノ粒子を固定する。この後、約500℃で熱処理してPd種結晶12とFe粒子13とを規則合金化することにより、FePd規則合金ナノ粒子15の2次元分散膜を形成する。規則合金ナノ粒子15の磁化容易軸16は膜面内に配向している。

【0031】次に、図3を参照し、実施例1の方法を適用して得られた、磁化容易軸が膜面垂直配向した硬磁性規則合金ナノ粒子2次元分散膜を垂直磁気記録媒体として用いる応用例について説明する。図3に示すように、垂直磁気記録媒体は単結晶基板1上に磁気記録層が形成されたものである。この磁気記録層は非磁性薄膜4中に磁化容易軸が膜面垂直配向した硬磁性規則合金ナノ粒子5が2次元的に分散した構造を有する。この垂直磁気記録媒体上に磁気ヘッド21が配置されて記録・再生が行われる。垂直磁気記録媒体に対する磁気ヘッド21の相対的な進行方向を図中矢印で示す。記録動作により規則合金ナノ粒子5の磁化7が反転し磁化容易軸に沿って膜面に垂直に配向する。

【0032】また、図4を参照し、実施例2の方法を適用して得られた、磁化容易軸が膜面内配向した硬磁性規則合金ナノ粒子2次元分散膜を面内磁気記録媒体として用いる応用例について説明する。図4に示すように、面内磁気記録媒体は単結晶基板11上に磁気記録層が形成されたものである。この磁気記録層は非磁性薄膜14中に磁化容易軸が膜面内配向した硬磁性規則合金ナノ粒子15が2次元的に分散した構造を有する。この面内磁気記録媒体上に磁気ヘッド22が配置されて記録・再生が行われる。面内磁気記録媒体に対する磁気ヘッド22の

5

相対的な進行方向を図中矢印で示す。記録動作により規則合金ナノ粒子15の磁化17が反転し磁化容易軸に沿って膜面内に配向する。

【0033】垂直磁気記録媒体でも面内磁気記録媒体でも、現段階では複数の粒子を1ビットとして記録することが考えられる。将来的には、磁気ヘッドの小型化・高性能化により、ビット長を粒子サイズに近づけることができる。1ビット/1粒子とした場合、テラビット/平方インチの記録密度が達成される。

【0034】次に、図5(a)および(b)を参照し、実施例1の方法を適用して得られた、磁化容易軸が膜面垂直配向した硬磁性規則合金ナノ粒子2次元分散膜を光磁気記録媒体として用いる応用例について説明する。

【0035】図5(a)は光磁気記録媒体に対してキュリ一点記録を行う方法を模式的に示す図である。この図に示すように、光磁気記録媒体は単結晶基板1上に光磁気記録層が形成された構造を有する。この光磁気記録層は非磁性薄膜4中に磁化容易軸が膜面垂直方向に配向した規則合金ナノ粒子5が2次元的に分散した構造を有する。この光磁気記録層にレーザー光31を照射してキュリ一点以上に昇温した状態で磁場32を印加して、光磁気記録層の磁化7を反転させて記録を行う。光磁気記録層の磁化容易軸が膜面垂直方向に配向しているため、記録時の磁化過程を非常に効率よく実現できる。

【0036】図5(b)は図5(a)のように記録された情報を、磁気光学効果を利用して再生する方法を模式的に示す図である。この図に示すように、偏光子41を通過した直線偏光の入射光42を光磁気記録層に入射すると、反射光43は効果により偏光面の回転を受ける(効率回転角44)。この反射光43を、検光子45を通過させて非記録領域と記録領域の光強度の差として検出することにより再生が可能になる。光磁気記録層の磁化容易軸が膜面垂直方向に配向しているため、記

6

録情報を非常に効率よく再生できる。

【0037】

【発明の効果】以上詳述したように本発明の方法を用いれば、硬磁性合金ナノ粒子を従来よりも低温で合成でき、かつ磁化容易軸を一方向に制御できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例1における膜面垂直配向した硬磁性ナノ粒子分散膜の製造方法を示す図。

【図2】本発明の実施例1における膜面内配向した硬磁性ナノ粒子分散膜の製造方法を示す図。

【図3】実施例1の方法で得られた垂直磁気記録媒体の記録再生方法を示す図。

【図4】実施例2の方法で得られた面内磁気記録媒体の記録再生方法を示す図。

【図5】実施例1の方法で得られた光磁気記録媒体の記録再生方法を示す図。

【符号の説明】

- 1、11…単結晶基板
- 2、12…Pd種結晶
- 3、13…Fe粒子
- 4、14…非磁性薄膜
- 5、15…FePd規則合金ナノ粒子
- 6、16…磁化容易軸
- 7、17…磁化

21、22…磁気ヘッド

31…レーザー光

32…磁場

41…偏光子

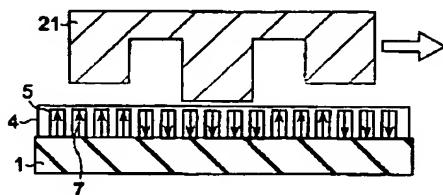
42…入射光(直線偏光)

43…反射光

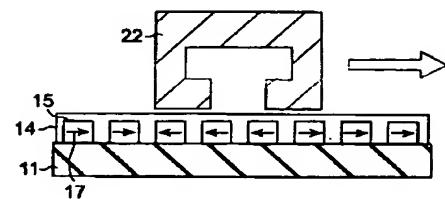
44…効率回転角

45…検光子

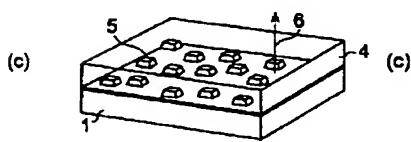
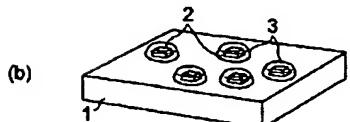
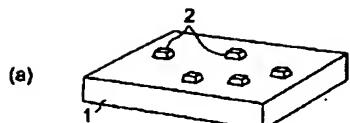
【図3】



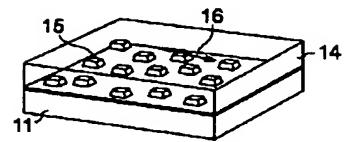
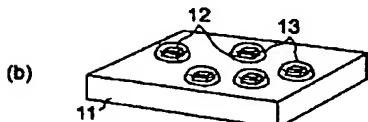
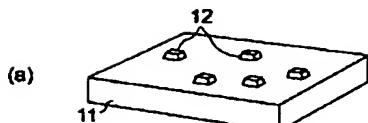
【図4】



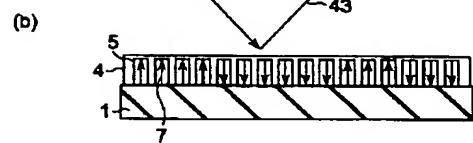
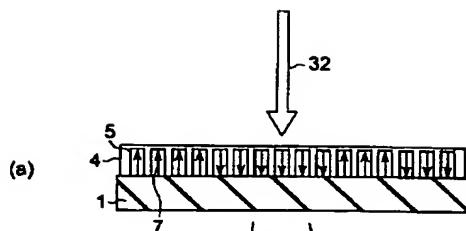
【図1】



【図2】



【図5】



フロントページの続き

Fターム(参考) 5D006 BB01 BB05 BB07 EA03
 5D075 FF20 GG01 GG02 GG16
 5D112 AA02 AA05 BA02 BB02 BB06
 BB07 FA02 GB01
 5E049 AA10 AC05 BA08 BA16 CB02
 CC01 HC01